

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

A0

(11)Publication number : 06-128096

(43)Date of publication of application : 10.05.1994

(51)Int.Cl.

C30B 29/40

(21)Application number : 04-306592

(71)Applicant : FURUKAWA ELECTRIC CO LTD:THE

(22)Date of filing : 20.10.1992

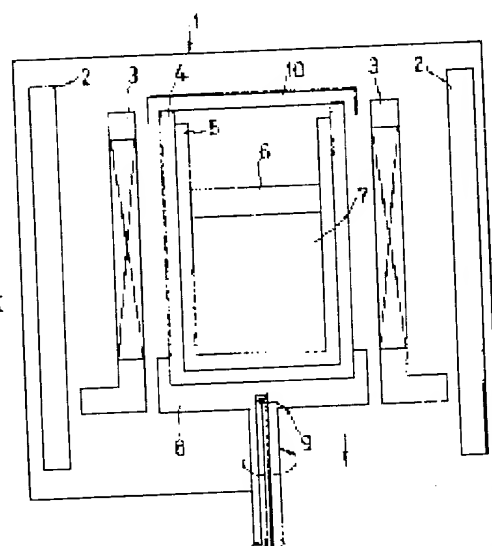
(72)Inventor : KIMURA TOSHINORI  
OZAWA SHOICHI  
KIKUTA TOSHIO

## (54) PRODUCTION OF COMPOUND SEMICONDUCTOR POLYCRYSTAL

## (57)Abstract:

PURPOSE: To prevent contamination of carbon and to enable control of the carbon content to a desired value when producing a polycrystal as a raw material for growth of a compound semiconductor single crystal of GaAs, InP, etc.

CONSTITUTION: In a method for producing a compound semiconductor polycrystal by putting raw materials of the compound semiconductor in a crucible 5 supported by a susceptor 8 in an airtight tank filled with an inert gas, fusing the raw materials by a surrounding heater 3 and growing a crystal while cooling it from the lower end of the crucible, the carbon content of the polycrystal is controlled by attaching a cover 10 to this crucible.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the  
examiner's decision of rejection or application  
converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

JPO  
6/1/98

=> d 112 1-3 cit,ab

- ✓ 1. JP406128096A, May 10, 1994, PRODUCTION OF COMPOUND SEMICONDUCTOR  
POLYCRYSTAL; KIMURA, TOSHINORI, et al.,  
INT-CL: C30B29/40

L12: 1 of 3

JP406128096A

ABSTRACT:

PURPOSE: To prevent contamination of carbon and to enable control of the carbon content to a desired value when producing a polycrystal as a raw material for growth of a compound semiconductor single crystal of GaAs, InP, etc.

CONSTITUTION: In a method for producing a compound semiconductor polycrystal by putting raw materials of the compound semiconductor in a crucible 5 supported by a susceptor 8 in an airtight tank filled with an inert gas, fusing the raw materials by a surrounding heater 3 and growing a crystal while cooling it from the lower end of the crucible, the carbon content of the polycrystal is controlled by attaching a cover 10 to this crucible.

COPYRIGHT: (C)1994,JPO&Japio

2. JP404104989A, Apr. 7, 1992, LIQUID-PHASE EPITAXIAL GROWTH AND DEVICE  
THEREFOR; KONISHI, MASAYA,  
INT-CL: C30B19/06; H01L21/208

L12: 2 of 3

JP404104989A

ABSTRACT:

PURPOSE: To eliminate abnormal growth around a substrate by carrying out melt back in a state of thickness of a solution at the central part of the substrate subjected to epitaxial growth made thinner than thickness around the substrate.

CONSTITUTION: A GaAs substrate 7 is placed on a substrate supporting base 1 of slide boat made of high-purity graphite and a solution 8 comprising Ga and polycrystal GaAs is put in an opening part 9 of a solution reservoir 2. Then, a piston 4 is placed on the solution 8, maintained in a H<SB>2</SB> atmosphere at about 900deg;C for about 2 hours, the solution reservoir 2 together with the piston 4 and a slider 5 is transferred in the right direction, the solution 8 is brought into contact with the substrate 7 and cooled at a rate of about 0.1deg;C per minute to about 800deg;C to grow epitaxial layer. Then an operation rod 15 is slid, the piston 4 is pushed down in the solution 8 at a slant face of the slide 5, the central part of the substrate 7 is covered with the under surface of the piston 4 and the solution is heated to about 810deg;C to carry out melt back. Then an abnormal growth part 12 produced around the substrate 7 is dissolved and removed.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&Japio

3. JP359017241A, Jan. 28, 1984, LIQUID PHASE GROWTH METHOD; SUGINO,

(19)日本国特許庁(J P)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-128096

(43)公開日 平成6年(1994)5月10日

(51)Int.Cl.<sup>3</sup>  
C 3 0 B 29/40

識別記号 片内整理番号  
5 0 1 C 7821-4G

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数3(全 4 頁)

(21)出願番号 特願平4-306592

(22)出願日 平成4年(1992)10月20日

(71)出願人 000005290

古河電気工業株式会社  
東京都千代田区丸の内2丁目6番1号

(72)発明者 木村 俊憲

東京都千代田区丸の内2丁目6番1号 古  
河電気工業株式会社内

(72)発明者 小沢 章一

東京都千代田区丸の内2丁目6番1号 古  
河電気工業株式会社内

(72)発明者 菊田 俊夫

東京都千代田区丸の内2丁目6番1号 古  
河電気工業株式会社内

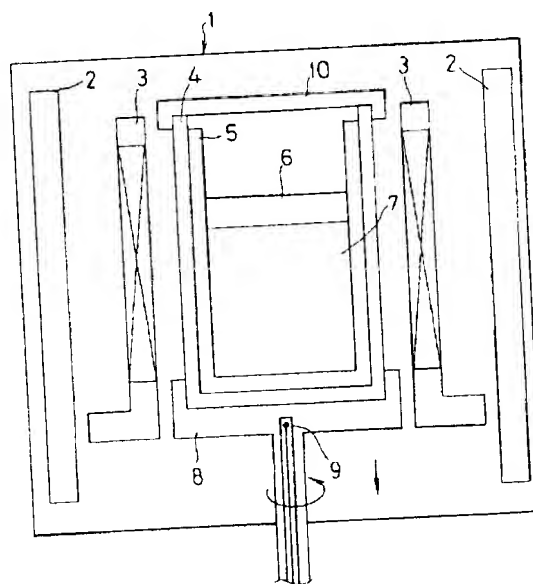
(74)代理人 弁理士 河野 茂夫 (外1名)

(54)【発明の名称】 化合物半導体多結晶の製造方法

(57)【要約】

【目的】 GaAs、Inp等の化合物半導体単結晶育成の原料となる多結晶を製造する際に、カーボンの混入を防止すると共に、カーボン濃度を所望の濃度に制御できるようにしたこと。

【構成】 不活性ガスを充填した気密容器内で、サセプタ8により支持されたルツボ5内に化合物半導体材料を充填し、周囲のヒーター3により材料を熔融し、ルツボ下端より冷却して結晶成長を行う化合物半導体多結晶の製造方法において、該ルツボに蓋10を施して、多結晶のカーボン濃度を制御することを特徴とする化合物半導体多結晶の製造方法。



#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 不活性ガスを充填した気密容器内で、サセプタにより支持されたルツボ内に化合物半導体材料を充填し、周囲のヒーターにより材料を溶融し、ルツボ下端より冷却して結晶成長を行う化合物半導体多結晶の製造方法において、該ルツボに蓋を施して、多結晶のカーボン濃度を制御することを特徴とする化合物半導体多結晶の製造方法。

【請求項2】 前記ルツボの下部に予め適量のカーボンを添加し、多結晶のカーボン濃度を制御することを特徴とする請求項1記載の化合物半導体多結晶の製造方法。

【請求項3】 前記ルツボの蓋に適量の穴を設け、多結晶のカーボン濃度を制御することを特徴とする請求項1記載の化合物半導体多結晶の製造方法。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

【産業上の利用分野】本発明はGaAs、Inp等の化合物半導体単結晶育成の原料となる半導体多結晶の、カーボン濃度を制御できる化合物半導体多結晶の製造方法に関するものである。

##### 【0002】

【従来の技術】化合物半導体の単結晶は、液体封止引上げ法（LEC法）、垂直温度均配法（VGF法）、液体封止垂直ブリッジマン法（LE-VB法）等により育成される。いずれの方法においても原料として、化合物半導体の多結晶を用いて育成を行うものである。この化合物半導体多結晶の製造は、図4に示す方法により製造される。図において1は耐圧容器、2はカーボン製のホットゾーン、3はカーボン製のヒーター、4はルツボホルダー、5はルツボであり、耐圧容器1内にAr、N<sub>2</sub>等の不活性ガスを充填し、ルツボ5にGa及びAs等の化合物半導体の材料を充填し、容器の外周のヒーター3により材料を溶融し、ルツボ下端より徐々に冷却して多結晶の成長を行うものである。

【0003】Ga、As等の材料の表面は、結晶成長の過程において、融液からのV族元素の解離、蒸散を防止するためにB<sub>2</sub>O<sub>3</sub>等の液体封止剤6で覆われている。しかし材料の溶融から結晶成長の過程において、カーボン製のホットゾーンやカーボン製のヒーターより発生する遊離カーボンが、固体またはCO<sub>2</sub>として、ルツボ上方からB<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を透過して成長結晶7に混入する。成長結晶中に混入するカーボンの濃度は、結晶成長の条件により異なり、カーボン濃度の一定な多結晶が得られなかった。

【0004】上記の多結晶を原料として、LEC法、VGF法、LE-VB法等により、単結晶の育成を行った場合、単結晶中のカーボン濃度は原料のカーボン濃度に依存するため、その濃度を制御することは困難であった。単結晶中のカーボンは、単結晶の比抵抗、超高速集積回路、光電子集積回路等の基板の特性に影響を及ぼす

もので、原料の多結晶中のカーボンの混入を無にするこゝと、およびカーボン濃度を自在に制御することが望まれていた。

##### 【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記の問題について検討の結果なされたもので、化合物半導体多結晶へのカーボンの混入を無にするこゝと、および多結晶中のカーボンの濃度を自在に制御できる製造方法を開発したものである。

##### 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明は不活性ガスを充填した気密容器内で、サセプタにより支持されたルツボ内に化合物半導体材料を充填し、周囲のヒーターにより材料を溶融し、ルツボ下端より冷却して結晶成長を行う化合物半導体多結晶の製造方法において、該ルツボに蓋を施して多結晶のカーボン濃度を制御することを特徴とする化合物半導体多結晶の製造方法を請求項1とし、前記ルツボの下部に予め適量のカーボンを添加し、多結晶のカーボン濃度を制御することを特徴とする請求項2とし、前記化合物半導体多結晶の製造方法を請求項3とし、前記ルツボの蓋に適量の穴を設け、多結晶のカーボン濃度を制御することを特徴とする請求項1記載の化合物半導体多結晶の製造方法を請求項3とするものである。

##### 【0007】

【作用】すなわち本発明は、ルツボにPBN製の蓋をかぶせることによってカーボン製ヒーター等の外部からのカーボンの混入を防止して、高純度の多結晶を得る。他、意図的にルツボ内に所定量のカーボンを添加して置き、カーボンをトープすることによって所望のカーボン濃度の多結晶が得られるようにしたものである。上記の蓋はルツボ上部にかぶせてもよく、またルツボホルダーにかぶせてもよい。またカーボンをトープする手段として、上記の他に、蓋の上部に所定のサイズと数の穴を設け、この穴から外部のカーボンを結晶中に取り込むことにより、所望のカーボン濃度の多結晶を得ることができる。なお本発明は、GaAs、Inpの他カーボンが問題とされる多結晶の製造に適用できる。

##### 【0008】

【実施例】以下に本発明の一実施例について説明する。

##### 実施例1

図1に示す装置を用いてGaAs多結晶の成長を行った。耐圧容器1内にArを充填し、PBN製の4吋径のルツボ5内にGaを1800g、Asを1940gおよびカーボン濃度が既知のGaAsと、その上にB<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の液体封止剤6を約160g収納した。ルツボホルダー4上にPBN製の蓋10をかぶせ、ヒーター3の加熱により、Ga、Asを溶融する。その時の耐圧容器内の圧力は70atmとした。その後、ヒーターのパワーを減少させるか、またはルツボサセプタ8を下方に移動させることにより、ルツボ下部より上部に向って固化させ結

晶成長を行った。

【0009】上記のようにして種々のカーボン濃度のGaAs多結晶を作製し、カーボンドープ量とカーボン濃度の関係を調べた。この結果を図2に示す。図2より明らかなように、カーボンドープ量と得られる多結晶中のカーボン濃度は比例していることが判る。これにより多結晶中のカーボン濃度を所望の濃度にする事ができる。なお、カーボンをドープしないものは、外部からのカーボンの混入がないためカーボン濃度は零を示した。したがって蓋をすることにより、外部からのカーボンの混入を防止できることが判る。

【0010】次にルツボの中にカーボンを添加するかわりに、ルツボ上の蓋に直径5mmの穴を1〜10個あけた蓋を用いて、カーボンを外部から混入させてドープした結果、カーボン濃度は、略穴の数に比例することが分かった。したがって蓋に穴を適量あけることにより、外部からカーボンを混入させ多結晶中のカーボン濃度を制御することが可能である。

#### 【0011】実施例2

実施例1の方法により作製したカーボン濃度が既知の多結晶を用い、GaAs単結晶を引上げ、単結晶の固化率（原料融液に対する結晶固化の比率）とカーボン濃度との関係を調べた。この結果を図3に示す。図3から明らかなように、従来のC<sub>60</sub>を用いてカーボンをドープする方法は、固化率が高くなるにつれてカーボン濃度が高くなり、不安定である。これに対して本発明方法により得られたカーボン含有の多結晶を用いた場合は、固化率

とカーボン濃度が比例しており、カーボン濃度を制御し易いことが分かる。

#### 【0012】

【発明の効果】以上に説明したように本発明によれば、多結晶の育成時にルツボ外部からのカーボンの混入を防ぐと共に、カーボン濃度を所望の濃度に制御した多結晶が得られるもので工業上顕著な効果を奏する。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例に係る化合物半導体多結晶の製造方法を説明する概略図

【図2】本発明の一実施例に係るカーボン濃度とカーボンドープ量の関係を示す線図

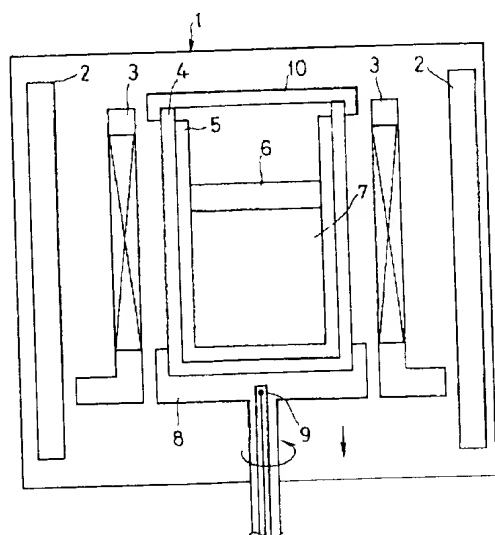
【図3】本発明の一実施例に係るカーボン濃度と固化率の関係を示す線図

【図4】従来の化合物半導体多結晶の製造方法を説明する概略図

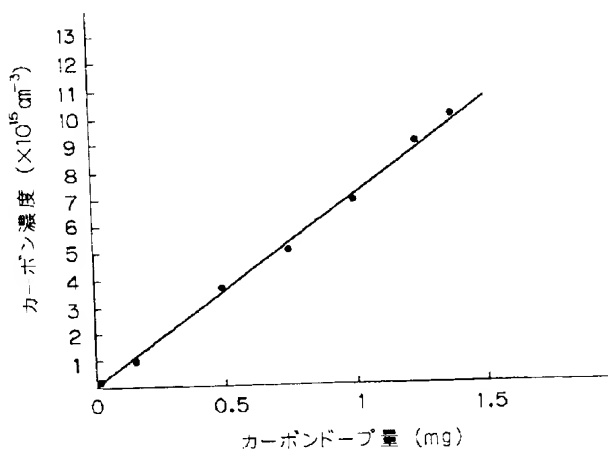
#### 【符号の説明】

- 1 耐圧容器
- 2 オートゾーン
- 3 ヒーター
- 4 ルツボホルダー
- 5 ルツボ
- 6 液体封止剤
- 7 成長結晶
- 8 ルツボセセグタ
- 9 熱電対
- 10 蓋

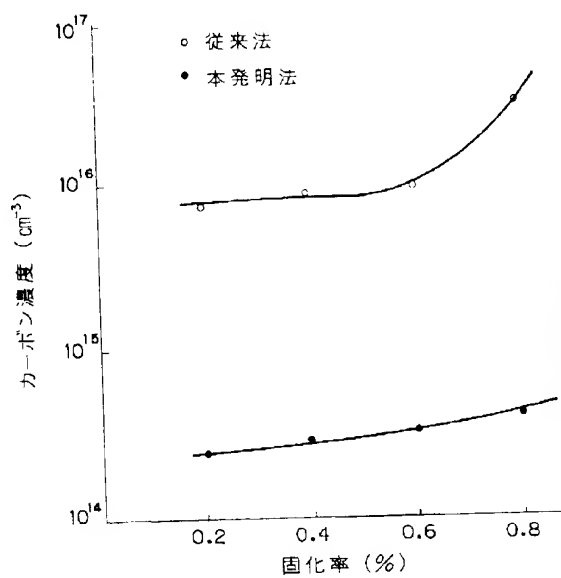
【図1】



【図2】



【図3】



【図4】

